

PATENT ABSTRACTS OF JAPAN

(11)Publication number : 06-306180

(43)Date of publication of application : 01.11.1994

(51)Int.Cl.

C08J 3/24

C08K 5/05

C08K 5/19

C08L 27/16

(21)Application number : 05-120620

(71)Applicant : ASAHI GLASS CO LTD

(22)Date of filing : 23.04.1993

(72)Inventor : KANEKO TAKEO
SUGITANI KAZUTOSHI
SAITO MASAYUKI
HIRAI HIROYUKI

(54) PRODUCTION OF VULCANIZED FLUORORUBBER MOLDING

(57)Abstract:

PURPOSE: To obtain the molding without making any defective product by vulcanizing and molding a fluororubber in a mold.

CONSTITUTION: A process for molding a fluororubber obtained by copolymerizing vinylidene fluoride with hexafluoropropylene or a fluororubber obtained by copolymerizing vinylidene fluoride with hexafluoropropylene and tetrafluoroethylene in a mold by polyol vulcanization, wherein an organic quat. ammonium salt is used as the vulcanization accelerator.

LEGAL STATUS

[Date of request for examination]

[Date of sending the examiner's decision of rejection]

[Kind of final disposal of application other than the examiner's decision of rejection or application converted registration]

[Date of final disposal for application]

[Patent number] _____

[Date of registration]

[Number of appeal against examiner's decision of rejection]

[Date of requesting appeal against examiner's decision of rejection]

[Date of extinction of right]

(19) 日本国特許庁 (J P)

(12) 公開特許公報 (A)

(11) 特許出願公開番号

特開平 6 - 3 0 6 1 8 0

(43) 公開日 平成 6 年 (1 9 9 4) 1 1 月 1 日

| (51) Int. Cl. ⁵ | 識別記号 | 庁内整理番号 | F I | 技術表示箇所 |
|----------------------------|------|---------|-----|--------|
| C08J 3/24 | CEW | 9268-4F | | |
| C08K 5/05 | | 7242-4J | | |
| 5/19 | KJK | 7242-4J | | |
| C08L 27/16 | KJJ | 9166-4J | | |

審査請求 未請求 請求項の数 1 F D (全 3 頁)

(21) 出願番号 特願平 5 - 1 2 0 6 2 0

(22) 出願日 平成 5 年 (1 9 9 3) 4 月 2 3 日

(71) 出願人 0 0 0 0 0 0 0 4 4

旭硝子株式会社

東京都千代田区丸の内 2 丁目 1 番 2 号

(72) 発明者 金子 武夫

神奈川県川崎市幸区塚越 3 丁目 4 7 4 番地

2 旭硝子株式会社玉川分室内

(72) 発明者 杉谷 和俊

神奈川県川崎市幸区塚越 3 丁目 4 7 4 番地

2 旭硝子株式会社玉川分室内

(72) 発明者 斉藤 正幸

神奈川県横浜市神奈川区羽沢町 1 1 5 0 番

地 旭硝子株式会社中央研究所内

(74) 代理人 弁理士 泉名 謙治

最終頁に続く

(54) 【発明の名称】 フッ素ゴム加硫成形品の製造方法

(57) 【要約】

【構成】 フッ化ビニリデンおよびヘキサフルオロプロピレンを共重合して得られるフッ素ゴム、またはフッ化ビニリデン、ヘキサフルオロプロピレンおよびテトラフルオロエチレンを共重合して得られるフッ素ゴムをポリオール加硫により金型を用いて成形を行う際に加硫促進剤として有機 4 級アンモニウム塩を用いることを特徴とするフッ素ゴム加硫成形品の製造方法。

【効果】 フッ素ゴムを金型を用いて加硫、成形する際に、成形不良のない成形品を得ることができる。

【特許請求の範囲】

【請求項 1】フッ化ビニリデンおよびヘキサフルオロプロピレンを共重合して得られるフッ素ゴム、またはフッ化ビニリデン、ヘキサフルオロプロピレンおよびテトラフルオロエチレンを共重合して得られるフッ素ゴムの成形において、該フッ素ゴムをポリオール加硫により金型を用いて圧縮成形、射出成形またはトランスファー成形を行う際に加硫促進剤として有機 4 級アンモニウム塩を用いることを特徴とするフッ素ゴム加硫成形品の製造方法。

【発明の詳細な説明】

【0001】

【産業上の利用分野】本発明はフッ素ゴム加硫成形品の製造方法に関し、さらに詳しくはフッ素ゴムのポリオール加硫における改善された成形品の製造方法に関するものである。

【0002】

【従来の技術】フッ素ゴムは優れた耐熱性、耐油性、耐薬品性等を有することから、自動車部品等を中心に各種の工業分野で広く用いられているが、ポリヒドロキシ化合物を加硫剤として用いるポリオール加硫においては、金型を用いて圧縮成形、射出成形またはトランスファー成形を行う際に、成形品のウェルド部分等に加硫不足または発泡がおこり成形不良となることがあった。

【0003】

【発明が解決しようとする課題】本発明の目的は、ポリオール加硫成形時における成形不良のないフッ素ゴム成形品の製造方法を提供することにある。

【0004】

【課題を解決するための手段】本発明者らは、前記の問題点を解決するために鋭意検討を重ねた結果、有機 4 級アンモニウム塩が加硫促進剤として有効であることを見だし、この知見に基づいて本発明を完成するに至った。

【0005】すなわち、本発明は、フッ化ビニリデンおよびヘキサフルオロプロピレンを共重合して得られるフッ素ゴム、またはフッ化ビニリデン、ヘキサフルオロプロピレンおよびテトラフルオロエチレンを共重合して得られるフッ素ゴムの成形において、該フッ素ゴムをポリオール加硫により金型を用いて圧縮成形、射出成形またはトランスファー成形を行う際に加硫促進剤として有機 4 級アンモニウム塩を用いることを特徴とするフッ素ゴム加硫成形品の製造方法である。

【0006】本発明において用いられるフッ素ゴムは、フッ化ビニリデンおよびヘキサフルオロプロピレンを重量比 40/60~80/20 の割合で共重合して得られるフッ素ゴム、または前記割合のフッ化ビニリデンおよびヘキサフルオロプロピレンに、さらにテトラフルオロエチレンをフッ化ビニリデン、ヘキサフルオロプロピレンおよびテトラフルオロエチレンの合計重量に基づき 3

5 重量%以下の割合で共重合して得られるフッ素ゴムであり、これらは単独で、または 2 種以上の混合物として用いられる。また、これらのフッ素ゴムの分子量や分子量分布は特に制限されるものではなく、用途や成形条件等に応じ、適宜選定される。

【0007】本発明において加硫促進剤として用いられる有機 4 級アンモニウム塩の具体例として、テトラブチルアンモニウムブロマイド、テトラブチルアンモニウムクロライド、硫酸水素テトラブチルアンモニウム、フェニルトリメチルアンモニウムクロライド、テトラメチルアンモニウムクロライド、8-ベンジル 1, 8-ジアザビシクロ(5, 4, 0)-7-ウンデセニウムクロライド、p-トルエンスルホン酸 8-ベンジル 1, 8-ジアザビシクロ(5, 4, 0)-7-ウンデセニウム等が挙げられる。

【0008】これらの化合物は単独で、または 2 種以上の混合物として用いられる。また、これらの化合物は、従来一般的に用いられている他の加硫促進剤と併用してもよい。フッ素ゴム 100 重量部に対するこれらの有機 4 級アンモニウム塩の使用量は通常、0.05~3 重量部、好ましくは 0.1~1.5 重量部の範囲である。

【0009】本発明においてフッ素ゴムの加硫剤となるポリヒドロキシ化合物については、従来公知の化合物はすべて使用可能であり、通常、ビスフェノール A F、ビスフェノール A、ハイドロキノン、カテコール、含フッ素脂肪族ポリヒドロキシ化合物等が好ましく用いられる。フッ素ゴム 100 重量部に対するポリヒドロキシ化合物使用量は 0.1~10 重量部、好ましくは 0.5~5 重量部の範囲である。

【0010】また、本発明においてフッ素ゴムのポリオール加硫時に受酸剤として用いられる金属酸化物または金属水酸化物については、従来公知の化合物はすべて使用可能であり、通常、酸化マグネシウム、酸化カルシウム、酸化亜鉛、酸化鉛、水酸化カルシウム、水酸化マグネシウム等が用いられ、特に、酸化マグネシウムと水酸化カルシウムとを併用することが好ましい。フッ素ゴム 100 重量部に対する金属酸化物または金属水酸化物の使用量は 0.5~30 重量部、好ましくは 1~25 重量部の範囲である。

【0011】また、本発明に用いられるフッ素ゴムには、これらの各成分の他に必要に応じて、他の成分、例えばカーボンブラック、シリカ、クレー、ケイソウ土、炭酸カルシウム、フッ化カルシウム、硫酸バリウム等の充填剤や補強剤、加工助剤、内部離型剤、接着促進剤、可塑剤、着色剤等を配合することが可能である。また、天然ゴムや他の合成ゴム、熱可塑性樹脂や熱硬化性樹脂等とブレンドすることも可能である。

【0012】本発明に用いられるフッ素ゴムは、前述の各成分をロールやニーダー等の通常のゴムの混練装置により均一に混合することにより得られる。こうして得ら

10

20

30

40

50

れたフッ素ゴム組成物は、プレス成形、射出成形やトランスファー成形等の金型を用いて成形する際に、通常の成形とまったく同様にして成形することが可能であり、しかも金型内での成形品のウェルド部分等の加硫不足や発泡等の成形不良の発生が防止され、良好な成形品が得られる。

【0013】加硫条件は、成形しようとするものの形状や条件により適宜決められるものであるが、おおむね、100℃～250℃で30秒～24時間の範囲である。また、得られた加硫物の特性を安定化させるために2次

【0014】

【実施例】次に、本発明を実施例によりさらに詳細に説明する。なお、実施例中、部とは重量部を示す。

【0015】実施例1

乳化重合法により、フッ化ビニリデン／ヘキサフルオロプロピレン＝60／40（重量比）、固有粘度 $[\eta] = 0.55$ のフッ素ゴムを得た。

【0016】このフッ素ゴム100部に対してMTカーボン30部、ビスフェノールAF1.5部、硫酸水素テトラブチルアンモニウム0.5部、キョーワマグ150（協和化学工業製酸化マグネシウム）3部、およびカルビット（近江化学製水酸化カルシウム）6部を2ロールにより均一に混合してフッ素ゴム組成物を得た。ここで得られたフッ素ゴム組成物を厚さ5mmにシートアウトし、幅2cm、長さ18cmに裁断してプレフォームを得た。

【0017】次に、ここで得られたプレフォーム3個を内径38mm、太さ2mmのOリング9個取りの金型に横3列にOリングのキャビティ上に仕込み、170℃で20分プレス加硫した。同様にして、Oリングを90個加硫成形した。これらのOリングはいずれも加硫不足や発泡のない良好な成形品であった。

【0018】実施例2

実施例1の硫酸水素テトラブチルアンモニウムのかわりに8-ベンジル1, 8-ジアザビシクロ(5, 4, 0)-7-ウンデセニウムクロライドを用いること以外は実施例1とまったく同様にしてOリングを90個加硫成形したところ、これらのOリングはいずれも加硫不足や発泡のない良好な成形品であった。

【0019】比較例1

実施例1の硫酸水素テトラブチルアンモニウムのかわりにトリフェニルベンジルホスホニウムクロライドを用いること以外は実施例1とまったく同様にしてOリングを90個加硫成形したところ、90個すべてにおいてウェルド部分が加硫不足により成形不良をおこした。

【0020】

【発明の効果】本発明はフッ素ゴムを金型を用いて成形する際に、成形不良のない成形品の製造方法を提供するものであることから工業的価値の極めて高いものである。本発明により得られるフッ素ゴムの成形品は、その優れた特性に基づき、自動車や航空機等の輸送機関のOリング、オイルシール、ガスケット、シール材、ダイヤフラム等に、また、化学プラントや食品プラント等の同様な部品や一般工業部品に幅広く使用される。

フロントページの続き

(72)発明者 平井 浩之

千葉県市原市五井海岸10番地 旭硝子株式会社千葉工場内